

[First Hit](#)[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#)☐

Generate Collection

Print

English abstract
of JP 4-2577

L2: Entry 12 of 17

File: DWPI

Sep 9, 1992

DERWENT-ACC-NO: 1992-353051

DERWENT-WEEK: 200140

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Vacuum seal flange having high thermal expansion coefft. - consisting of steel alloy or nitride film ion plated on stainless steel alloy, and consisting of chromium@, nickel@ or iron@

PRIORITY-DATA: 1990JP-0257468 (September 28, 1990)

Search Selected

Search ALL

Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> JP 04254577 A	September 9, 1992		005	C23C014/16
<input type="checkbox"/> JP 3183904 B2	July 9, 2001		005	C23C014/06

INT-CL (IPC): B01J 3/00; C23C 14/06; C23C 14/14; C23C 14/16

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04254577A

BASIC-ABSTRACT:

The flange has a hard sealing surface of stainless steel alloy film or stainless steel nitride film. The hard sealing surface is pref. formed by ion-plating or sputtering stainless steel alloy. The hard sealing surface is pref. of a stainless steel nitride comprising 30 wt.% or less of N solid soln. to the 100 wt. % of stainless steel alloy consisting of 10 - 30 wt. % of Cr, 30 wt. % or less of Ni, 5 wt. % or less of C, and balance of Fe and unavoidable impurities. The hard sealing surface pref. has 10 x 10 power 6 deg. C or more of thermal expansion coefft. or more pref. of 12 x 10 - power 6 deg. C or more.

USE/ADVANTAGE - The vacuum seal flange has a high thermal expansion coefft. with little flawing on handling, free of seal performance degradation and of peeling and cracking after baking and connecting/disconnecting cycles.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 04254577A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-254577

(43) 公開日 平成4年(1992)9月9日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/16		8414-4K		
B 0 1 J 3/00	K	2102-4G		
C 2 3 C 14/06		8414-4K		

審査請求 未請求 請求項の数9(全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平3-143099	(71) 出願人	000183266 住友セメント株式会社 東京都千代田区神田美土代町1番地
(22) 出願日	平成3年(1991)6月14日	(72) 発明者	村上嘉彦 千葉県船橋市豊富町585番地 住友セメント株式会社新規事業本部セラミックス事業推進部内
(31) 優先権主張番号	特願平2-257468	(72) 発明者	小山義位 千葉県船橋市豊富町585番地 住友セメント株式会社新規事業本部セラミックス事業推進部内
(32) 優先日	平2(1990)9月28日	(74) 代理人	弁理士 倉持 裕
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 真空用フランジ

(57) 【要約】

【目的】 従来不具合とされていたフランジのシール面の硬質化の実験を重ねて、鋭意検討した結果、フランジの硬質被膜として、ステンレス鋼或いはステンレス合金窒化物膜或いは遷移金属ホウ化物、ケイ化物或いはアルミニウム化膜が非常に有効であることを見出し、その知見に基づいて本発明を完成するに至った。従って、本発明は、重量が軽く、到達真空度が高く、且つシール面に傷が付き難く、繰り返し脱着使用でも劣化が少ない真空用フランジを提供することを目的にする。

【構成】 アルミニウム合金フランジ部品のシール面にステンレス鋼合金膜或いはステンレス鋼合金窒化物膜の硬質表面層を形成したことを特徴とする真空用フランジを提供する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】アルミニウム合金フランジ部品のシール面にステンレス鋼合金膜或いはステンレス鋼窒化膜の硬質表面層を形成したことを特徴とする真空用フランジ。

【請求項2】前記アルミニウム合金フランジ部品のシール面に、ステンレス鋼合金をイオンプレーティング処理或いはスパッタリング処理することにより、ステンレス鋼合金膜或いはステンレス鋼窒化膜の硬質表面層を形成したことを特徴とする請求項1に記載の真空用フランジ。

【請求項3】請求項1或いは2に記載の真空用フランジにおいて、前記のステンレス鋼合金膜或いはステンレス鋼窒化膜の硬質表面層は、

Cr 10～30重量%、

Ni 30重量%以下、

C 5重量%以下、

Fe 残り及び不可避不純物の組成のステンレス鋼合金組成に対して、窒素を30重量%以下固溶させたステンレス鋼窒化膜を、ステンレス鋼窒化膜の硬質表面層とすることを特徴とする前記真空用フランジ。

【請求項4】前記の硬質表面層は、熱膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上、好ましくは $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の真空用フランジ。

【請求項5】前記の硬質表面膜は、ステンレス鋼窒化物膜或いは遷移金属ホウ化物或いは炭化物或いは珪化物の硬質表面膜である請求項4に記載の真空用フランジ。

【請求項6】前記アルミニウム合金フランジのシール面に、前記硬質表面膜をイオンプレーティング或いはスパッタリング処理により、形成したことを特徴とする請求項5に記載の真空用フランジ。

【請求項7】前記の硬質表面膜は、ホウ化ニオブ（但し、ニオブは、87重量%以上であり、残部はホウ素であり、不可避不純物を含有する）或いは、ホウ化クロム（但し、クロムは、78重量%以上で、残部はホウ素であり、不可避不純物を含有する）であることを特徴とする請求項5～6のいずれかに記載の真空用フランジ。

【請求項8】前記の硬質表面膜は、ケイ化ニッケル（但し、ニッケルが、70～90重量%の範囲であり、残部は、ケイ素であり、不可避不純物を含有する）或いは、ケイ化コバルト（コバルトは、70重量%以上であり、残部はケイ素であり、不可避不純物を含有する）であることを特徴とする請求項5～6のいずれかに記載の真空用フランジ。

【請求項9】前記の硬質表面膜は、アルミニウム・ニッケル（但し、ニッケルは、60重量%以上であり、残部は、アルミニウムであり、不可避不純物を含有する）であり、或いはアルミニウム・バナジウム（バナジウムは、58重量%以下であり、残部は、アルミニウムであり、不可避不純物を含有する）であることを特徴とする

請求項5～6いずれかに記載の真空用フランジ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、真空容器に必要とするアルミニウム合金フランジに関し、特に、そのシール面に、ステンレス鋼合金膜或いはステンレス鋼窒化膜の硬質表面層、特に、熱膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上、好ましくは $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上のステンレス鋼合金膜或いはステンレス鋼窒化膜の硬質表面層を被覆した真空用フランジに関する。

【0002】

【従来の技術】従来、真空機器用の素材としては、主にステンレス鋼が用いられているが、近年、加速器、及び半導体関係を中心に、装置の大型化、真空化が進んでいる。

【0003】ステンレス鋼の真空容器は、耐食性や機械的強度にすぐれている一方、重量が大きく、また真空用素材として限界がある。また、粒子加速器に用いた場合、かなりの残留放射能を有するという問題が見られる。これに対して、アルミニウム合金の真空容器は、重量が軽く、到達真空度がステンレス鋼よりも高く、真空用容器として注目されている。しかも、加速器として用いた場合、残留放射能の減衰率が、ステンレス鋼の場合より1桁低いと言う長所が見られる。

【0004】然し乍ら、アルミニウム合金には、軟らかいという大きな欠点があり、ハンドリング時に傷つきやすく、特にフランジのシール面に傷が付くと、シール性能に直接悪影響を及ぼすことになる。そこで、現在では、窒化チタン、窒化クロム、炭化チタン等の硬質被膜をコーティングすることにより、そのシール面を保護している。然し乍ら、アルミニウム合金は、熱膨張係数が非常に高く、融点が低いために、良質な硬質被膜を密着性良くコーティングすることが非常に困難である。更に、これらの硬質被膜は硬度が高いが、靱性が低いために、フランジのベーキングや脱着を繰り返すと、硬質被膜にクラックや剥離が生じ易くなって、ハンドリング時に傷が付き易くなったり、シール性能の信頼性、耐久性が悪くなってしまうために、アルミニウム合金の真空機器の市場拡大に大きな支障となっている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明者らは、前記のように、従来不具合とされていたフランジのシール面の硬質化の実験を重ねて、鋭意検討した結果、フランジの表面、特に、シール面の硬質化膜として、ステンレス鋼合金膜或いはステンレス鋼窒化膜の熱膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上、好ましくは $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上の硬質表面膜を被覆することが、非常に有効であることを見出し、その知見に基づいて本発明を完成するに至った。従って、本発明は、重量が軽く、到達真空度が高く、且つ、従来より耐食性が高く、ハンドリング時

3

において、表面特にシール面に傷が付き難く、繰り返しベーキング、繰り返し脱着使用でも劣化が少ない真空用フランジを提供することを目的にする。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記の技術的な課題の解決のために、アルミニウム合金フランジのシール面にステンレス鋼合金膜の硬質表面膜或いは熱膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上、好ましくは $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上の硬質表面膜を形成されたことを特徴とする真空用フランジを提供する。そして、前記アルミニウム合金フランジのシール面に、前記硬質表面膜をイオンブレーティング或いはスパッタリング処理により、形成した真空用フランジが好適である。また、Cr 10~30重量%、Ni 30重量%以下、C 5重量%以下、Fe 残り及び不可避免不純物の組成のステンレス鋼合金組成或いは、それに窒素を30重量%以下固溶させたステンレス鋼窒化膜、或いは、Nb或いはCrホウ化物、Ni或いはCoの珪化物或いは、Ni、V或いはTiとのAl合金を前記硬質表面膜とするフランジが好適である。

【0007】

【作用】本発明によると、アルミニウム合金製フランジのシール面に、ステンレス鋼合金或いは熱膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上、好ましくは $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上の硬質表面膜特に、Nb或いはCrのホウ化物、Ni或いはCoの珪化物、或いはNi、V、或いはTiとのAl合金をイオンブレーティング或いはスパッタリング処理により、形成した硬質表面膜を被覆した真空用フランジは、ハンドリング時においても傷つき難く、耐食性が

高く、ベーキング及び脱着を繰り返しても、そのシール面に剥離、クラックが生じ難いものである。

【0008】即ち、Cr 10~30重量%、Ni 30重量%以下、C 5重量%以下、Fe 残り及び不可避免不純物の組成のステンレス鋼合金組成或いは、それに窒素を最大30重量%まで固溶させたステンレス鋼窒化膜或いはNb或いはCrのホウ化物、Ni或いはCoの珪化物、或いはNi、V、或いはTiとのAl合金を、アルミニウム合金のフランジの硬質表面膜とすることにより、有効な真空用フランジが提供された。

【0009】硬質被膜が、ステンレス鋼合金或いはステンレス鋼窒化物においては、クロム含有量が10重量%未満では、耐酸化性が低下して、ベーキングを繰り返すと、粒界腐食により膜が劣化するために、好ましくなく、また、30重量%を超えると、熱膨張係数が低くなって、母材との熱膨張係数の差から生じる内部応力を緩和できないために、薄膜の剥離やクラックを生じ易くなる。

【0010】ニッケル含有量は、30重量%未満であり、30重量%を超えると、熱膨張係数が低くなるため、好ましくない。また、炭素含有量は、5重量%以下

4

であり、5重量%を超えると、韌性に乏しくなるため好ましくない。

【0011】硬質被膜が、Nbのホウ化物においては、Nb含有量は87重量%以上であり、Nb含有量が87重量%未満になると、熱膨張係数が低くなり、好ましくなく、また、Crのホウ化物においても、Cr含有量は78重量%以上であり、Cr含有量が78重量%未満になると、同様に、熱膨張係数が低くなって好ましくない。

【0012】硬質被膜が、Niの珪化物においては、Ni含有量は70重量%以上、90重量%以下であり、Ni含有量が70重量%未満、或いは90重量%を超えると、熱膨張係数が低くなり、好ましくなく、また、Crの珪化物においては、Cr含有量は70重量%以上、95重量%以下であり、Cr含有量が70重量%未満或いは95重量%より高くなると、同様に熱膨張係数が低くなって、好ましくない。

【0013】硬質被膜が、Ni-Al合金においては、Ni含有量は60重量%以上であり、Ni含有量が60重量%未満になると、熱膨張係数が低くなり、好ましくなく、また、V-Al合金においても、V含有量は58重量%以下であり、V含有量が58重量%を超えると、同様に熱膨張係数が低くなってしまて、好ましくない。

【0014】本発明の真空用アルミニウム合金フランジは、上記の組成の硬質被膜をアルミニウム合金フランジのシール面に被覆して、シール性能テスト（リーク試験）を行なった結果、良好なシール性能が分かり、且つ、熱膨張係数が $10 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上になった硬質表面膜では、20回以上の脱着及びベーキングを繰り返しても、被膜に剥離やクラックが生じなかった。即ち、熱膨張係数が $12 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以上になると、30回以上のベーキング及び脱着の繰り返してもシール性能が保持された。従って、本発明の高真空用アルミニウム合金フランジでは、アルミニウム合金フランジのシール表面の強度が改良されたものが得られ、更に、シール面の損傷を防止でき、ひいては、シール性能の信頼性及び耐久性が問題となっている一般のアルミニウム機器に適用できる。

【0015】次に、本発明の真空用アルミニウム合金フランジを具体的に実施例により説明するが、本発明はそれらによって限定されるものではない。

【0016】

【実施例1】表面膜の成膜法としては、反応性スパッタリング処理法を用いて、対陰極材（ターゲット）として、組成を変えながら、Cr 10~30重量%、Ni 30重量%以下、C 5重量%以下、残部Fe及び不可避免不純物の組成のステンレス鋼合金組成或いは、それに窒素を最大30重量%まで固溶させたステンレス鋼窒化膜を用い、アルゴン雰囲気ガス或いはアルゴンと窒素

5

の混合雰囲気ガスのもとで、スパッタリング処理により、様々な組成のステンレス鋼合金膜或いはその窒化被膜を、2枚の直径70mmのアルミニウム合金フランジのシール面に、膜厚を約2ミクロンに制御して、被覆し、リーク試験を行なった。

*

*【0017】その結果を表1に示す。但し、ガスケットは純アルミニウムメタル(A1050-H24)を使用した。

【0018】

【表1】

：ステンレス鋼窒化膜或いはステンレス鋼窒化膜を被覆したアルミニウム合金フランジのリーク試験の結果

試験番号	被覆組成(重量%)				リーク試験結果	熱膨張係数 10 ⁻⁶ /°C	試験番号	被覆組成(重量%)				リーク試験結果	熱膨張係数 10 ⁻⁶ /°C
	Cr	Ni	C	N				Cr	Ni	C	N		
1	7	-	0.08	6	15回	9.8	11	18	35	0.08	6	17回	9.8
2	10	-	0.08	6	25回	11.8	12	18	8	5.8	6	18回	9.9
3	15	-	0.08	6	○	13.0	13	18	8	5.0	6	○	13.8
4	18	-	0.08	6	○	12.5	14	18	8	2.6	6	○	16.2
5	30	-	0.08	6	20回	10.8	15	18	8	-	-	○	18.0
6	35	-	0.08	6	17回	9.8	16	18	8	0.08	6	○	13.5
7	18	8	0.08	6	○	13.5	17	18	8	0.08	13	○	12.2
8	18	15	0.08	6	○	13.3	18	18	8	0.08	22	28回	11.1
9	18	22	0.08	6	○	12.3	19	18	8	0.08	30	23回	10.3
10	18	30	0.08	6	○	12.0	20	18	8	0.08	38	11回	8.9

【0019】表1において、○は、30回のフランジのベキングと脱着を繰り返した後のシール性能が保持されたものを示す。リーク試験で示す回数は、フランジ脱着した後のリーク試験でリークが見られたときのリーク試験回数を示す。尚、硬質被膜の熱膨張係数の測定は、フランジとともにコーティングした基板から、被膜を剥離して測定した。以上の表1に示される結果から、本発明の真空用アルミニウム合金フランジは、耐久性及び信頼性に優れていることが判明した。

【0020】

【実施例2】表面膜の成膜法としては、イオン・プレー※

※ティング処理法を用いて、蒸発源として、金属NbとB、或いは金属CrとBを用いて、蒸気圧を各々制御して、組成を変化させ、様々な組成の硬質被膜を、2枚の直径70mmのアルミニウム合金フランジ(A2219)のシール面に、膜厚を約2ミクロンに制御して、被覆し、リーク試験を行なった。

【0021】その結果を表2に示す。但し、ガスケットは純アルミニウムメタル(A1050-H24)を使用した。

【0022】

【表2】

：ホウ化ニオブ或いはホウ化クロムを被覆したフランジのリーク試験の結果

試験番号	被覆組成(重量%)		リーク試験結果	熱膨張係数 10 ⁻⁶ /°C	試験番号	被覆組成(重量%)		リーク試験結果	熱膨張係数 10 ⁻⁶ /°C
	Nb	B				Cr	B		
21	70	30	11回	7.8	26	63	37	4回	9.3
22	78	22	12回	8.3	27	73	27	18回	9.8
23	87	13	25回	11.0	28	78	22	22回	11.8
24	90	10	○	12.9	29	87	13	○	12.0
25	93	7	○	13.8	30	91	9	○	14.2

【0023】表2において、○は、30回のフランジのベキングと脱着を繰り返した後のシール性能が保持されたものを示す。リーク試験で示す回数は、フランジ脱着した後のリーク試験でリークが見られたときのリーク試験回数を示す。尚、硬質被膜の熱膨張係数の測定は、フランジとともにコーティングした基板から、被膜を剥離して測定した。以上の表2に示される結果から、本発明の真空用アルミニウム合金フランジは、耐久性及び信頼性に優れていることが判明した。

【0024】

【実施例3】表面膜の成膜法としては、イオン・プレー

40

ティング処理法を用いて、蒸発源として、金属NiとS1、或いは金属CoとS1を用いて、蒸気圧を各々制御して、組成を変化させ、様々な組成の硬質被膜を、2枚の直径70mmのアルミニウム合金フランジ(A2219)のシール面に、膜厚を約2ミクロンに制御して、被覆し、リーク試験を行なった。

【0025】その結果を表3に示す。但し、ガスケットは純アルミニウムメタル(A1050-H24)を使用した。

【0026】

【表3】

：珪化ニッケル成いは珪化コバルトを被覆したフランジのリーク試験の結果

試験 番号	被膜組成 (重量%)		リーク 試験 結果	熱膨張 係数 10 ⁻⁶ /° ℃	試験 番号	被膜組成 (重量%)		リーク 試験 結果	熱膨張 係数 10 ⁻⁶ /° ℃
	Ni	Si				Co	Si		
31	63	37	12回	9.7	36	61	39	18回	9.5
32	70	30	○	13.7	37	65	35	23回	10.6
33	81	19	○	16.5	38	70	30	○	12.3
34	90	10	○	12.2	39	86	14	○	13.4
35	96	4	19回	9.8	40	98	2	○	12.8

【0027】表3において、○は、30回のフランジの
ベーキングと脱着を繰り返した後のシール性能が保持
されたものを示す。リーク試験で示す回数は、フランジ
脱着した後のリーク試験でリークが見られたリーク試験
回数を示す。尚、硬質被膜の熱膨張係数の測定は、フラ
ンジとともにコーティングした基板から、被膜を剥離し
て測定した。以上の表3に示される結果から、本発明の
真空用アルミニウム合金フランジは、耐久性及び信頼性
に優れていることが判明した。

【0028】

【実施例4】表面膜の成膜法としては、イオン・プレー*

*ティグ処理法を用いて、蒸発源として、金属Nbと
10 B、或いは金属CrとBを用いて、蒸気圧を各々制御し
て、組成を変化させ、様々な組成の硬質被膜を、2枚の
直径70mmのアルミニウム合金フランジ(A221
9)のシール面に、膜厚を約2ミクロンに制御して、被
覆し、リーク試験を行なった。

【0029】その結果を表4に示す。但し、ガスケット
は純アルミニウムメタル(A1050-H24)を使用
した。

【0030】

【表4】

：Ni-Al成いはV-Al合金を被覆したフランジのリーク試験の結果

試験 番号	被膜組成 (重量%)		リーク 試験 結果	熱膨張 係数 10 ⁻⁶ /° ℃	試験 番号	被膜組成 (重量%)		リーク 試験 結果	熱膨張 係数 10 ⁻⁶ /° ℃
	Ni	Al				V	Al		
41	43	57	18回	9.8	46	15	85	○	18.0
42	60	40	○	13.1	47	24	76	○	15.9
43	73	27	○	15.1	48	39	61	○	13.5
44	80	20	○	14.2	49	58	42	28回	11.3
45	91	9	○	12.0	50	78	22	17回	9.9

【0031】表4において、○は、30回のフランジの
ベーキングと脱着を繰り返した後のシール性能が保持
されたものを示す。リーク試験で示す回数は、フランジ
脱着した後のリーク試験でリークが見られたリーク試験
回数を示す。尚、硬質被膜の熱膨張係数の測定は、フラ
ンジとともにコーティングした基板から、被膜を剥離し
て測定した。以上の表4に示される結果から、本発明の
真空用アルミニウム合金フランジは、耐久性及び信頼性
に優れていることが判明した。

【0032】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の真空用ア
ルミニウム合金フランジにより、次のような顕著な技術
的效果が得られた。第1に、ハンドリング時に傷付き難
く、シール性能の劣化が少なく、ベーキング及び脱着を

繰り返しても、シールの硬質化表面膜に剥離、クラック
が生じ難いアルミニウム合金フランジを提供する。第2
に、従って、最近の加速器や半導体関係の真空機器の大
型化や真空化に対応できる真空用アルミニウム合金フラ
ンジを提供する。第3に、同時に、アルミニウム合金の
真空機器に対する需要が大幅に伸びるとともに、本発明
の真空用アルミニウム合金フランジは、それに対する加
速器及び半導体関係の産業の発展に大きく寄与する。第
4に、アルミニウム合金フランジのシール表面の強度が
改良されたものが得られ、更に、シール面の損傷を防止
でき、ひいては、シール性能の信頼性及び耐久性が問題
となっているアルミニウム機器に適用できる。とができ
る。

フロントページの続き

(72)発明者 生原幸雄

千葉県船橋市豊富町585番地 住友セメン
ト株式会社新規事業本部セラミックス事業
推進部内